ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34171— 2017

УПАКОВКА

Определение содержания фенола и эпихлоргидрина методом газовой хроматографии в модельных средах

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 13343
14 июня 2017 г.

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН республиканским унитарным предприятием «Научно-практический центр гигиены»

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протоколом от 7 июня 2017 г. №99-П)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт подготовлен на основе МВИ. МН 1924-2003 «Методика газохроматографического определения фенола и эпихлоргидрина в модельных средах, имитирующих пищевые продукты»

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УПАКОВКА
Определение содержания фенола и эпихлоргидрина методом газовой хроматографии в модельных средах

Packing
Determination of phenol and epichlorohydrin content
by gas chromatography in model medium

Дата введения -

Предупреждение – Настоящий стандарт не рассматривает все вопросы безопасности, связанные с его использованием.

Внимание! Испытания, проводимые в соответствии с настоящим стандартом, должны выполняться персоналом, прошедшим соответствующее обучение.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения содержания фенола и эпихлоргидрина (ЭХГ), выделившихся из образца упаковки (укупорочного средства) в модельные среды, в диапазоне значений 0,005–0,200 мг/дм^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.030—81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 490—2006 Добавки пищевые. Кислота молочная Е270. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 3652—69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3759—75 Реактивы. Алюминий хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 [1)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5962—2013 [2)] Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

[1)] На территории Республики Беларусь действует СТБ ИСО 5725-6–2002.

[2)] На территории Республики Беларусь действует СТБ 1334–2003.

Издание официальное

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 22300—76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочные стандарты заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться действующими взамен стандартами. Если ссылочные стандарты отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **упаковка:** Изделие, которое используется для размещения, защиты, транспортирования, загрузки и разгрузки, доставки и хранения сырья и готовой продукции.

3.2 **укупорочное средство:** Изделие, предназначенное для укупоривания упаковки и сохранения ее содержимого.

4 Сущность метода

Метод определения содержания фенола и ЭХГ, выделившихся из образца упаковки (укупорочного средства) в модельные среды (дистиллированная вода, раствор лимонной кислоты с массовой долей 2 %, раствор хлорида натрия с массовой долей 2 % в растворе уксусной кислоты с массовой долей 2 %, раствор молочной кислоты с массовой долей 0,3 %, раствор молочной кислоты с массовой долей 3 %, раствор хлорида натрия с массовой долей 5 %, раствор этилового спирта с массовой долей 20 %, раствор этилового спирта с массовой долей 40 %), основан на экстракции фенола и ЭХГ из полученных вытяжек органическим растворителем и газохроматографическом определении их в экстракте с применением газового хроматографа с пламенно-ионизационным детектором (ПИД). Количественное определение проводится методом абсолютной градуировки по площадям пиков.

5 Реактивы и оборудование

5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и лабораторная посуда

5.1.1 Хроматограф газовый, оснащенный пламенно-ионизационным детектором с пределом детектирования $1{,}4\times10^{-12}$ гС/с и линейным диапазоном $0{,}5\times10^{7}$.

5.1.2 Весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, с пределом измерений 210 г и пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,0005 г.

5.1.3 Микрошприц вместимостью 10 мм^3, погрешность дозирования ±1 %.

5.1.4 Колбы мерные 2-100-2, 2-50-2 по ГОСТ 1770.

5.1.5 Пробирки П-2-15-14/23 ХС и П-2-5-14/23 ХС по ГОСТ 1770.

5.1.6 Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10, 1-1-2-25 по ГОСТ 29227.

5.1.7 Колонка капиллярная кварцевая длиной 60 м и внутренним диаметром 0,32 мм, толщина слоя жидкой фазы 1,0 мкм (например, DB FFAP производства Agilent Technologies) [1)].

5.1.8 Колбы Кн-1-250-29/32 ТС и Кн-1-100-29/32 ТС с пришлифованными пробками по ГОСТ 25336.

5.1.9 Пипетка Пастера (например, производства «МиниМед» [1]) [1)].

5.1.10 Виалы вместимостью 2 см^3 под винтовую крышку с септой (например, производства Agilent Technologies с септой PTFE/белый силикон/красный PTFE) [1)].

[1)] Данная информация приведена для удобства пользователя настоящего стандарта и не является рекомендацией по использованию данной продукции.

5.2 Реактивы и материалы

5.2.1 Фенол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.2 Эпихлоргидрин с содержанием основного вещества не менее 99,9 %.
5.2.3 Этилацетат по ГОСТ 22300, х. ч.
5.2.4 Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.
5.2.5 Хлорид натрия по ГОСТ 4233.
5.2.6 Хлорид алюминия по ГОСТ 3759.
5.2.7 Гелий газообразный сжатый, с объемной долей основного вещества не менее 99,9999 %, в баллонах с редуктором [2].
5.2.8 Водород технический по ГОСТ 3022.
5.2.9 Воздух сжатый по ГОСТ 17433.
5.2.10 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
5.2.11 Кислота лимонная по ГОСТ 3652, х. ч.
5.2.12 Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.
5.2.13 Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.
5.2.14 Кислота молочная пищевая по ГОСТ 490.
5.2.15 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Примечание – Допускается применение аналогичных средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками и показателями качества не хуже, чем у приведенных выше.

6 Требования безопасности

При выполнении анализа и работы с химическими реактивами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности по ГОСТ 12.1.030, а также требования, изложенные в технических документах на используемое оборудование и средства измерений.

Помещение лаборатории должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

Содержание вредных веществ в воздухе помещения лаборатории не должно превышать допустимые значения по ГОСТ 12.1.005.

7 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и с газовым хроматографом. Оператор должен быть знаком с устройством хроматографа и операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов.

8 Условия выполнения измерений

При приготовлении растворов, подготовке проб и выполнении измерений соблюдают следующие условия окружающей среды:

- температура воздуха при работе — (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление — (84,0–106,7) кПа (630–800 мм ртутного столба);
- влажность воздуха — не более 80 %.

9 Подготовка к проведению измерений

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка средств измерений и вспомогательного оборудования, приготовление градуировочных растворов фенола и ЭХГ, приготовление модельных сред, установление градуировочной характеристики, подготовка проб к измерению.

9.1 Подготовка измерительного оборудования

9.1.1 Систему газового хроматографа настраивают согласно инструкции по эксплуатации.

9.1.2 При использовании хроматографа (см. 5.1.1) и колонки (см. 5.1.7) наиболее подходящими являются следующие условия хроматографирования:

- техника ввода пробы — без сброса (splitless);
- объем вводимой пробы — 5 мм^3;
- температура колонки — программирование температуры от 50 °С до 200 °С со скоростью 30 °С/мин;
- температура испарителя — 250 °С;
- температура детектора — 280 °С;
- давление газа-носителя (гелия) на входе в колонку — 100 кПа;
- расход водорода — 30 см^3/мин;
- расход воздуха — 300 см^3/мин.

Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования, обеспечивающих разделение определяемых веществ.

9.1.3 Проводят стабилизацию работы хроматографа на рабочих режимах в течение 30–40 мин. Условием стабильности является дрейф нулевого сигнала, не превышающий 1 % – 2 % от шкалы регистрации сигнала при чувствительности, соответствующей минимально определяемой массовой концентрации.

9.2 Приготовление растворов

9.2.1 Приготовление основного раствора смеси фенола и ЭХГ

Для приготовления основного раствора смеси фенола и ЭХГ с массовой концентрацией каждого компонента 100 мкг/см^3 взвешивают на часовом стекле 0,01 г фенола с точностью до 0,0005 г. Часовое стекло предварительно взвешивают с точностью до 0,0005 г. Фенол количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, смывая порциями ацетона. Колбу тщательно встряхивают, взвешивают и вносят микрошприцем 8,5 мм^3 ЭХГ и снова взвешивают с точностью до 0,0005 г. Доводят раствор до метки ацетоном.

По разности результатов взвешивания устанавливают точную массовую концентрацию ЭХГ в растворе.

Раствор стабилен при хранении в колбе с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 1 мес.

9.2.2 Приготовление рабочего раствора смеси фенола и ЭХГ с массовой концентрацией 5 мкг/см^3

Рабочий раствор смеси фенола и ЭХГ с массовой концентрацией 5 мкг/см^3 готовят из основного раствора (см. 9.2.1).

Аликвотную часть (5,0 см^3) основного раствора смеси фенола и ЭХГ переносят градуированной пипеткой вместимостью 5,0 см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят ацетоном до метки.

Раствор стабилен при хранении в колбе с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 2 нед.

9.2.3 Приготовление градуировочных растворов фенола и ЭХГ

Для получения серии градуировочных растворов пипетками вместимостью 1, 2, 5, 10 и 25 см^3 в мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят 0,5; 1,5; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см^3 рабочего раствора смеси фенола и ЭХГ с массовой концентрацией 5,0 мкг/см^3 (см. 9.2.2) и доводят до метки этилацетатом. Получают серию градуировочных растворов с массовыми концентрациями 0,05; 0,15; 0,50; 1,00; 1,50 и 2,00 мкг/см^3 фенола и ЭХГ.

Растворы стабильны при хранении в колбах с притертыми пробками при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 1 нед.

9.2.4 Приготовление модельных сред

9.2.4.1 Приготовление раствора лимонной кислоты с массовой долей 2 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 2 г лимонной кислоты, приливают 20 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и после полного растворения лимонной кислоты доводят объем полученного раствора этим же растворителем до метки.

9.2.4.2 Приготовление раствора хлорида натрия с массовой долей 2 % в растворе уксусной кислоты с массовой долей 2 %

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 2 г хлорида натрия, приливают 20 $см^3$ дистиллированной воды и 2 г уксусной кислоты, перемешивают и после полного растворения хлорида натрия доводят объем полученного раствора дистиллированной водой до метки.

9.2.4.3 Приготовление раствора молочной кислоты с массовой долей 0,3 %

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 0,63 $см^3$ молочной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

9.2.4.4 Приготовление раствора молочной кислоты с массовой долей 3 %

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 6,3 $см^3$ молочной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

9.2.4.5 Приготовление раствора хлорида натрия с массовой долей 5 %

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 5 г хлорида натрия, приливают 20 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают и после полного растворения хлорида натрия доводят объем полученного раствора этим же растворителем до метки.

9.2.4.6 Приготовление раствора этилового спирта с массовой долей 20 %

В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 100 $см^3$ вносят 20,8 г спирта этилового ректификованного, добавляют в колбу 79,2 $см^3$ дистиллированной воды.

9.2.4.7 Приготовление раствора этилового спирта с массовой долей 40 %

В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 100 $см^3$ вносят 41,7 г спирта этилового ректификованного, добавляют в колбу 58,3 $см^3$ дистиллированной воды.

9.3 Установление градуировочной характеристики

9.3.1 Определение времени удерживания фенола и ЭХГ в рабочем растворе смеси

Микрошприцем вместимостью 10 $мм^3$ отбирают 5 $мм^3$ рабочего раствора смеси фенола и ЭХГ с массовой концентрацией 5 $мкг/см^3$, приготовленного по 9.2.2, и вводят в испаритель хроматографа не менее 5 раз. Время удерживания фенола (ЭХГ) определяют как среднеарифметическое значение всех определений.

9.3.2 Построение градуировочного графика

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади хроматографического пика фенола (ЭХГ) от массовой концентрации их в каждом градуировочном растворе, устанавливают по пяти сериям из шести растворов по всему диапазону определяемых массовых концентраций.

Хроматографирование каждого градуировочного раствора, приготовленного по 9.2.3, проводят дважды.

Расчет градуировочной зависимости площади пика фенола (ЭХГ) от массовой концентрации каждого из указанных веществ в растворе проводят с применением программного обеспечения прибора.

Градуировочный график описывается линейной зависимостью вида $Y = bx$ в диапазоне значений 0,05–2,0 $мкг/см^3$ и проходит через начало координат либо имеет смещение по оси Y (±1 % – 2 % от указанного диапазона).

9.3.3 Контроль градуировочного графика

Контроль градуировочного графика осуществляют по градуировочным растворам смеси фенола и ЭХГ. Для контроля должны применяться растворы с массовой концентрацией определяемого компонента, входящей в диапазон измерений, но не повторяющей по значениям массовые концентрации, по которым рассчитывали параметры градуировочной прямой. Допустимые расхождения между заданными и установленными по графику значениями массовых концентраций, используемых для контроля градуировочных растворов, не должны превышать для фенола 13,2 %, для ЭХГ 14,0 %. В противном случае график подлежит повторной перепроверке и при необходимости новому расчету параметров градуировочной прямой. График подлежит обязательной проверке при замене партии реактивов, после замены колонки, после ремонта хроматографа, но не реже одного раза в месяц.

9.3.4 Оперативный контроль градуировочного графика

Контроль градуировочного графика осуществляют каждый раз перед началом измерений, используя 1–2 градуировочных раствора из диапазона измерений фенола (ЭХГ). Относительное расхождение между измеренной массовой концентрацией фенола (ЭХГ) в градуировочном растворе и фактической массовой концентрацией фенола (ЭХГ), выраженное в процентах, не должно превышать значение доверительной границы случайной составляющей погрешности градуировочного графика, которое составляет 6,3 % для фенола и 6,7 % для ЭХГ.

9.4 Подготовка проб к измерению

Образец упаковки (укупорочного средства) при необходимости очищают от загрязнений, которые могут быть на поверхности, путем погружения его последовательно в две емкости с дистиллированной водой. Затем испытуемый образец упаковки (укупорочного средства) помещают в стеклянную емкость с модельной средой.

Соотношение площади поверхности испытуемого образца (с учетом площади всех его поверхностей) и объема модельной среды должно составлять 2 : 1.

При проведении испытания образца упаковки (укупорочного средства), изготовленного из комбинированных материалов, определение проводят только из слоя, непосредственно контактирующего с упаковываемой продукцией.

Продолжительность контакта испытуемого образца с модельной средой, а также температурный режим устанавливают в соответствии с требованиями [3] и/или нормативных документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

Для проведения испытания готовят параллельно две вытяжки в каждую модельную среду из одного образца упаковки (укупорочного средства).

При наличии в модельных средах, контактировавших с образцом, изменения прозрачности и цвета данный образец не подлежит дальнейшему испытанию; данные об изменении прозрачности и цвета заносятся в протокол испытания.

10 Проведение измерений

Отбирают по 10 $см^3$ полученной вытяжки в модельную среду соответствующего наименования (вытяжку в раствор этилового спирта с массовой долей 40 % перед анализом двукратно разбавляют дистиллированной водой до 20 %), вносят в пробирки с пришлифованной пробкой вместимостью 15 $см^3$, добавляют в раствор 3,5 г хлорида натрия и по 1 $см^3$ этилацетата. Закрывают пробирки пробками и энергично встряхивают в течение 3–5 мин. При использовании в качестве модельной среды раствора этилового спирта с массовой долей 20 % последний вместо хлорида натрия насыщают добавлением 5 г хлорида алюминия. После разделения водной и органической фаз верхний слой этилацетата (этилацетатный экстракт) отделяют пастеровской пипеткой и помещают в пробирку с притертой пробкой вместимостью 5 $см^3$ или виалу вместимостью 2 $см^3$.

Микрошприцем отбирают 5 $мм^3$ этилацетатного экстракта и вводят в испаритель хроматографа дважды при условиях хроматографирования, указанных в 9.1.2.

Идентификацию пика фенола и ЭХГ проводят по времени удерживания, которое устанавливают при хроматографировании рабочего раствора смеси фенола и ЭХГ с массовой концентрацией 5 $мкг/см^3$ (см. 9.2.2).

Расхождение времени удерживания определяемых компонентов при хроматографировании двух параллельных определений не должно отличаться более чем на 2 % от времени удерживания фенола и ЭХГ в рабочем растворе смеси фенола и ЭХГ. Если время удерживания фенола и ЭХГ отличается от времени удерживания фенола и ЭХГ в рабочем растворе смеси фенола и ЭХГ, проверяют правильность установки температурных режимов программирования колонки и давления газа-носителя на входе в колонку.

11 Обработка результатов

Массовые концентрации фенола и ЭХГ в этилацетатном экстракте C, $мкг/см^3$, определяют по градуировочному графику с использованием программного обеспечения прибора.

Массовую концентрацию фенола (ЭХГ), выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в модельные среды, X, $мг/дм^3$, рассчитывают по формуле

$$X = K \times \frac{C \times V_1}{V}, \qquad (1)$$

где C — массовая концентрация фенола и ЭХГ, $мкг/см^3$;

K — коэффициент, соответствующий кратности разбавления модельной среды (при необходимости);

V — объем вытяжки, взятый для анализа, $см^3$ (10 $см^3$);

V_1 — объем этилацетата, взятого для экстракции, $см^3$ (1 $см^3$).

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовых концентраций фенола (ЭХГ), рассчитанное до четвертого десятичного знака, с округлением до третьего десятичного знака, если выполнено условие приемлемости по 13.2:

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — среднеарифметическое значение массовых концентраций фенола (ЭХГ) в двух параллельных вытяжках из одного образца упаковки (укупорочного средства), мг/дм^3.

12 Оформление результатов измерений

Окончательный результат измерения массовой концентрации фенола (ЭХГ), выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в модельные среды, представляют в следующем виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3, \qquad k = 2, \qquad P = 95\ \%, \quad (3)$$

где Δ — граница погрешности (абсолютное значение), характеризующая пределы, в которых находится погрешность методики, мг/дм^3, рассчитанная по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \times \delta \times \overline{X}, \quad (4)$$

где δ — значение границы относительной погрешности (δ = 20 % для фенола и δ = 21 % для ЭХГ);

0,01 — коэффициент пересчета из процентов в доли единицы.

За отсутствие принимается массовая концентрация фенола (ЭХГ), выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в модельную среду, менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (см. раздел 1).

13 Контроль точности результатов измерений

13.1 Метрологические характеристики метода

Метод обеспечивает получение результатов измерения с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 1, при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 1 — Значения границы относительной погрешности, нормативов повторяемости и внутрилабораторной воспроизводимости

Определяемое вещество	Норматив повторяемости r, %	Норматив внутрилабораторной воспроизводимости $r_{I(TO)}$, %	Границы относительной погрешности δ, %
Фенол	27	18	20
ЭХГ	15	19	21

13.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, n = 2)

Проверку приемлемости результатов измерений массовых концентраций фенола и ЭХГ, полученных в условиях повторяемости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Если относительное значение разности между наибольшим и наименьшим результатами двух параллельных измерений не превышает значение предела повторяемости, то все результаты параллельных измерений признаются приемлемыми и конечным результатом измерений является их среднеарифметическое значение:

$$\frac{|X_{max} - X_{min}| \times 100}{\overline{X}} \le r, \quad (5)$$

где X_{max} — максимальный результат измерения, мг/дм^3;

X_{min} — минимальный результат измерения, мг/дм^3;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, мг/дм^3;

r — норматив повторяемости для двух параллельных измерений, значение которого приведено в таблице 1, %;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

При невыполнении условия (5) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля повторяемости.

После выявления причин неудовлетворительного контроля повторяемости выполняют повторные измерения проб, для которых эти результаты получены.

13.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях внутрилабораторной воспроизводимости

Контроль внутрилабораторной воспроизводимости результатов измерений проводится не реже 2–3 раз в месяц. Контроль обязателен после ремонта оборудования, после смены партии реактивов, посуды.

Значение относительной разности между двумя результатами испытаний содержания фенола и ЭХГ в одной и той же пробе, полученные с изменяющимися факторами «время» — «оператор», сравнивают с пределом внутрилабораторной воспроизводимости.

Результаты измерений, проведенных в условиях внутрилабораторной воспроизводимости, считают приемлемыми при условии

$$\frac{|X_1 - X_2| \times 100}{\overline{X}} \le r_{I(TO)}, \qquad (6)$$

где X_1, X_2 — результаты измерений массовых концентраций фенола и ЭХГ, полученные с изменяющимися факторами «время» — «оператор», мг/дм^3;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений массовых концентраций фенола и ЭХГ в одной лаборатории, мг/дм^3;

$r_{I(TO)}$ — норматив внутрилабораторной воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 1, %;

0,01 — коэффициент пересчета из процентов в доли единицы.

При невыполнении условия (6) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля.

14 Отчет об испытаниях

Отчет об испытаниях должен включать следующее:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) детальную информацию, необходимую для полной идентификации образца упаковки (укупорочного средства);

c) информацию, касающуюся подготовки проб к измерениям, в соответствии с 9.4;

d) значения массовых концентраций фенола и ЭХГ, рассчитанные и выраженные в соответствии с разделом 11, или указание об отсутствии фенола (ЭХГ) в вытяжке;

e) запись об изменении прозрачности и цвета и о прекращении испытания (при необходимости);

f) любое отклонение, по соглашению или иное, от установленного метода.

Библиография

[1] ТУ 4320-012-29508133-2009

[2] ТУ 0271-001-45905715-02 Гелий газообразный высокой чистоты (сжатый)

[3] ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки» (приложение 2)

УДК 621.798.08:547.562.1 (083.74)(476) МКС 71.040.99; 55.020
Ключевые слова: упаковка, укупорочное средство, газовая хроматография, фенол, эпихлоргидрин

gost.e-ecolog.ru